

## Compact optical fibre sensor for detecting chemical or biochemical substances

Patent Number: DE19630181  
 Publication date: 1998-01-29  
 Inventor(s): USBECK KERSTIN DIPL ING (DE); ECKE WOLFGANG DR (DE); WILLSCH REINHARDT DR (DE)  
 Applicant(s): INST PHYSIKALISCHE HOCHTECH EV (DE)  
 Requested Patent: DE19630181  
 Application Number: DE19961030181 19960726  
 Priority Number(s): DE19961030181 19960726  
 IPC Classification: G01N21/41; G01D5/26; G02B6/16  
 EC Classification: G01N21/41; G01N21/77B  
 Equivalents:

### Abstract

The sensor contains a mono-mode optical fibre (1) the core (3) of which in at least one section has a periodic refractive index characteristic in the form of a Bragg matrix (4). In a region of the matrix, which corresponds to the desired measurement region, the fibre cover (2) is reduced in thickness almost down to the core. The reduced section can be provided with a thin layer with a refractive index greater than that of the fibre core. In respect of its porosity, and/or absorption or reaction properties, this layer can be matched to the substance to be detected.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

### Description

Die Erfindung betrifft einen kompakten Lichtleitfasersensor zur Detektion chemischer oder biochemischer Substanzen, der eine exakt vorgebbare lokale Detektion dieser Substanzen und deren Konzentration ermöglicht und weitgehend frei von das Messergebnis verfälschenden äusseren physikalischen Störeinflüssen ist.

Faseroptische Sensoren werden in der optischen Messtechnik, z. B. zur Messung von physikalischen und chemischen Grössen, bevorzugt bei Einsatzaufgaben genutzt, die durch eine korrosive Umgebung, hohe Temperaturen, elektromagnetische Störungen oder leistungsstarke Felder gekennzeichnet sind. Darüber hinaus können optische Sensoren in Verbindung mit mikrotechnischen Mitteln wie Dünnschichttechnik, Mikrostrukturierung besondere Vorzüge hinsichtlich kleiner Messvolumina, schnelle Ansprechzeit und hohe Messempfindlichkeit aufweisen.

Zur messtechnischen Erfassung chemischer Substanzen bei den o. a. Einsatzbedingungen werden Lichtwellenleiter eingesetzt, deren Oberfläche oder bestimmte Teile davon durch besondere Belegungen für die Absorption der zu erfassenden Substanz sensibilisiert sind. Beispiele sind eine bestimmte Porosität von Deckschichten oder des Lichtwellenleiters selbst oder reaktive Schichten, die mit der zu erfassenden Substanz Verbindungen mit charakteristischen optischen Eigenschaften eingehen.

So wird in DE 41 33 126 A1 durch Änderung der optischen Weglänge eines Fabry-Perot-Resonators bei Absorption von Feuchtigkeit in einem Interferenzschichtsystem das Reflexionsspektrum über der Wellenlänge verschoben und diese Verschiebung eines definierten Reflexions- Maximums zur Bestimmung der relativen Feuchte ausgewertet.

Andere technische Lösungen benutzen sensibilisierte Überzüge eines längeren Teiles einer Multimode-Lichtleitfaser mit dickem Kern, bei der das evaneszente Feld aus der Faser austritt (T. M. Butler, B. O. Mac Graith, Mc Donagh; SPIE Vol. 2508 "Chemical, Biochemical and Environmental Sensors VII, p 168-178, Juni 1995).

Probleme dieser bekannten technischen Lösungen zur chemischen Sensorik bestehen zum einen darin, dass die Lichtübertragung nur am Sensorort und über die übrige Faserübertragungsstrecke nicht beeinflusst werden soll und dass zur effektiven Lösung der der Messung zugrundeliegenden technologischen Aufgabe mehrere gleiche Sensoren eine örtliche Verteilung zu messen gestatten sollen, ohne den Messaufwand entsprechend zu vervielfachen.

In anderen technischen Lösungen von Aufgaben der Messtechnik werden Fasergitter in Monomode-Lichtleitfasern vorgeschlagen. Diese Fasergitter beruhen auf periodischen Brechzahlvariationen, die bspw. durch ultraviolettes Licht in Germanium-dotierten Faserkernen erzeugt werden. Diese Gitter nehmen im Faserkern Längen von ca. 1 bis 10 mm ein. Sie werden in der Sensorik zum Nachweis von mechanischen Dehnungen und Temperaturänderungen angewendet (EP 0 438 757 B1). Beide Effekte führen zu einer mechanischen Änderung der Gitterperiode und damit zu einer Änderung der Wellenlänge maximaler Reflexion bzw. minimaler Transmission.

Weiterhin sind planare Wellenleitersensoren bekannt (z. B. Sensors and Actuators B, 11 (1993) 461-465), bei denen eine zu detektierende biochemische Substanz direkt auf einem dem Wellenleiter aufgeprägten Gitter aufgebracht wird und der seitlich reflektierte Lichtanteil einer refraktometrischen Auswertung zugeführt wird. Eine derartige Sensorausbildung ist zum einen gerätetechnisch relativ aufwendig und zum anderen bzgl. störenden Schwankungen der Umgebungstemperatur sehr empfindlich.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen kompakten Lichtleitfasersensor zur Detektion chemischer oder biochemischer Substanzen anzugeben, der die Messung der Anwesenheit und Konzentration chemischer Substanzen an einem oder mehreren Messorten ermöglicht, wobei die Vorteile intrinsischer faseroptischer Sensoren erhalten bleiben sollen.

Die Aufgabe wird durch die kennzeichnenden Merkmale des ersten Patentanspruchs gelöst. Vorteilhafte weitere Ausbildungen sind in den nachgeordneten Patentansprüchen enthalten.

Es wurde gefunden, dass in überraschender Weise in die Nähe des Kerns einer Monomode-Lichtleitfaser gebrachte Substanzen die effektive Gitterperiode eines in Form eines Bragg-Gitters in den Kern der Lichtleitfaser eingebrachten periodischen Brechzahlverlaufs beeinflussen. Die nachzuweisende Substanz ändert entweder durch ihre direkte Anwesenheit den Brechungsindex im Bereich des evaneszenten Feldes oder führt durch spezifische Reaktionen, wie Absorption in Poren oder chemische Reaktionen, mit speziell abgeschiedenen dünnen Zwischenschichten zu konzentrationsabhängigen Änderungen des Brechungsindex in genanntem Bereich. Diese Änderung des äusseren Brechungsindex beeinflusst die Bragg-Wellenlänge des Fasergitters, bei der maximale Reflexion bzw. minimale Transmission von in die Lichtleitfaser eingestrahlt Lichtes auftritt. Durch die Begrenzung der Länge des Gitters im Faserkern auf die Länge der durch Abdünnung der Faser festgelegten sensitive Oberfläche ist die spektrale Beeinflussung auch nur an dieser Stelle möglich, für anders Zuleitungsteile ist eine Streckenneutralität gewährleistet. Das Abdünnen der Lichtleitfaser kann im Rahmen der Erfindung einseitig durch Schleifen, Polieren und Ätzen erfolgen. Es kann allseitig, vorzugsweise durch Ätzen oder Tapern (Ausziehen bei lokaler Erhitzung) erfolgen. Im Rahmen der Erfindung können innerhalb der eingesetzten Monomode-Lichtleitfaser weiterhin mehrere, voneinander beabstandete Bragg-Gitter vorgesehen sein, von denen wenigstens ein Teil mit einem bis in die Faserkernnähe abgedünnten Gebiet versehen ist, wobei die mit dem abgedünnten Gebiet versehenen Bragg-Gitter eine voneinander abweichende Gitterperiode aufweisen können. Weiterhin können innerhalb der Lichtleitfaser Bragg-Gitter vorgesehen sein, denen kein abgedünntes Gebiet zugeordnet ist, die dann vorteilhaft zur Kompensation auf den Lichtleitfasersensor einwirkenden physikalischen Einflüssen, wie Temperatur oder Druck, Verwendung finden können.

Zum Auslesen der durch die Anwesenheit chemischer Substanzen in genannten Sensorgebieten hervorgerufenen Wellenlängenverschiebungen eingestrahlt Lichtes werden Interferometer, z. B. vom Fabry-Perot-Typ oder Michelson-Interferometer mit ungleichen Armlängen verwendet. Höhere Empfindlichkeiten können erreicht werden bei Einstrahlung monochromatischen Lichtes aus einer in der Wellenlänge abstimmbaren Lichtquelle und Nachführen auf die Wellenlänge

definierter, vorzugsweise maximaler Reflexionen an der Messstelle. Eine prinzipiell ähnliche Lösung stellt die spektrale Messung in Transmission dar, wobei die Wellenlänge bei minimaler Transmission zum Nachweis ausgewertet wird.

Ebenso können mehrere Messstellen entlang der Lichtleitfaser hintereinandergeschaltet werden. Die Gitterperioden im Bereich der einzelnen Messstellen unterscheiden sich dabei soweit, dass im Arbeitsbereich des Sensors, z. B. im Konzentrationsbereich der nachzuweisenden Substanz, keine Übereinstimmung der Reflexionswellenlängen auftritt. Die Einzelsensoren können durch unterschiedliche Zwischenschichten in der Nähe des Faserkerns für unterschiedliche Substanzen sensibilisiert sein.

Die Bragg-Wellenlänge der erfindungsgemässen Vorrichtung hängt von der Polarisierung des eingestrahnten Lichtes ab. Diese Abhängigkeit ist bei einseitiger Abdünnung durch Schleifen und Polieren besonders hoch und kann bei Anwesenheit hochbrechender dünner Zwischenschichten noch verstärkt werden. Beispielsweise wird die Polarisationsabhängigkeit der Beeinflussung der Bragg-Wellenlänge des Gitters durch eine dünne, optisch teildurchlässige Metallbeschichtung erhöht, was zu einer Erhöhung der Messempfindlichkeit und Selektivität des Sensors führt. Dieser Effekt kann zur Referenzbildung des Sensors genutzt werden, indem die Polarisationsrichtung des eingestrahnten Lichtes variiert wird und die Polarisationsdispersion des Bragg-Gitters als Messeffekt ausgewertet wird. Die polarisationsabhängige Verbreiterung des Maximum im Spektrum des reflektierten Lichtes bzw. die Aufspaltung des Spektrums ändert sich mit der Konzentration oder Anwesenheit der nachzuweisenden Substanz. Damit ist zur Sensorauswertung kein Bezug auf eine absolute Wellenlänge notwendig. Die absolute Wellenlänge wird in bekannter Weise durch Temperatur und Dehnung beeinflusst, diese Querempfindlichkeit lässt sich über Temperatur und Druckmessungen korrigieren.

Ähnliche zusätzliche Vorteile der Referenzbildung werden bei Benutzung einer Lichtleitfaser mit zwei Moden der elektrischen Feldverteilung im Faserkern und im Bereich des evaneszenten Feldes erzielt.

Die Erfindung wird nachstehend anhand schematischer Zeichnungen beispielhaft näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 ein erstes Ausführungsbeispiel gemäss der Erfindung mit einer Abdünnung der Lichtleitfaser in einem Gitterbereich durch seitliches Schleifen und Polieren in Seitenansicht,

Fig. 2 das Ausführungsbeispiel nach Fig. 1 in Draufsicht,

Fig. 3 ein Diagramm der Wellenlängencharakteristik am Beispiel eines Feuchtesensors in Reflexion,

Fig. 4 eine zum ersten Ausführungsbeispiel gehörende Anordnung zur Auswertung des Reflexionsspektrums eines Fasergitters.

In Fig. 1 und Fig. 2 ist eine Lichtleitfaser 2 eingesetzt, die eine Grenzwellenlänge für monomodiges Verhalten über 780 nm Wellenlänge aufweist. In den Germanium-dotierten Kern 3 ist ein Gitter 4 von 2,5 mm Länge mit einer Bragg-Wellenlänge von 825 nm eingeschrieben. Die Lichtleitfaser 2 ist mit dem Gitterbereich 4 im Scheitelpunkt in die gekrümmte Nut eines Quarzblock 1 mit 25 cm Krümmungshalbmesser eingeklebt und bis in die Nähe des Faserkerns abpoliert. Der für eine Wechselwirkung des evaneszenten Feldes freigelegte Kernbereich erstreckt sich ca. 2,5 mm in Faserachsrichtung. In weiterer Ausgestaltung der Erfindung ist auf die polierte Faser im Beispiel eine poröse Schicht 40 aus Siliziumdioxid von 3  $\mu\text{m}$  Dicke mit einer effektiven Porosität für die Absorption von Feuchtigkeit von 4% abgeschieden. Setzt man gemäss vorliegender Erfindung eine hochbrechende Schicht ein, bspw. eine poröse  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ -Schicht mit einem Brechungsindex von 1,6 bei Brechungsindizes von 1,33-1,40 im evaneszenten Feldbereich bei Restmanteldicken von 0,5  $\mu\text{m}$  im Gebiet des Kernanschliffs, wurde eine weitaus stärkere Übertragung von Brechzahländerungen in den Bragg- Gitterbereich in der Grössenordnung von 10% gefunden. Es wird erwartet, dass bei Einhaltung einer ausreichend geringen Lichtintensitätsüberkopplung in den sensitiven Bereich 40, Schichtdicken von 0,2  $\mu\text{m}$  für die Schicht 40 ausreichen, was den häufiger Forderungen zu Analysen kleinster Substanzmengen entgegenkommt. Entscheiden ist in jedem Fall, dass das Produkt aus Schichtdicke und Brechungsindex der dünnen Schicht (40) derart klein festgelegt ist, dass eine Lichtauskopplung aus dem Kern (3) verhindert wird.

Sensibilisierungen der Schicht 40 für andere Substanzen sind in bekannter Weise von anderen optisch

oder elektrisch wirksamen chemischen Sensoren übertragbar.

Wird breitbandiges Licht in den Kern 3 der Lichtleitfaser 2 eingestrahlt verschiebt sich das Reflexionsspektrum 6, wie in Fig. 3 dargestellt, mit der Bragg-Wellenlänge maximaler Reflexion 8 beim Übergang der relativen Luftfeuchtigkeit von 0% auf 50% um ca. 0,5 nm auf das Spektrum 7 mit der Bragg-Wellenlänge 9. Durch bekannte Massnahmen in der Wahl der Zusammensetzung und Porengrösse kann die Änderung der Bragg-Wellenlänge über einen gewünschten Feuchtigkeitsbereich, z. B. von 0 auf 20%, erhöht werden.

Eine Auswerteeinheit gemäss Fig. 4 besteht aus einer als Lichtquelle eingesetzten Superlumineszenzdiode 10 mit einem kontinuierlichen Spektrum von 815 bis 835 nm, aus einem Gitterspektrometer 11 zum Nachweis der Bragg-Wellenlänge, einem faseroptischen Monomodekoppler 12 mit einem Teilungsverhältnis 1 : 1 im Wellenlängenbereich der Superlumineszenzdiode, und einem Sensorblock 13, der wenigstens eine unter Fig. 1 beschriebene Baugruppe mit dem freigelegten Gitterbereich 4 und der sensitiven Deckschicht 40 in diesem Bereich umfasst. Die freien Faserenden 14 sind durch schräge Bruchstellen oder Entspiegelungsschichten reflexionsfrei ausgebildet.

Ein faseroptischer Polarisationssteller 15 vor dem Sensorblock 13 besteht aus zwei drehbaren Faserschleifen mit je 90 DEG Verzögerung der beiden linearen Polarisationsmoden zueinander. Mit diesem Ausführungsbeispiel wird die mit den optischen Eigenschaften der Deckschicht sich ändernde Polarisationsabhängigkeit der Bragg-Wellenlänge des Fasergitters 4 ausgewertet. Mit erhöhter Feuchtigkeit im Bereich der sensitiven Schicht 40 verändert sich die Halbwertsbreite des bei Durchlaufen senkrechter und paralleler Polarisationsrichtungen aufsummierten Reflexionsspektrums um ca. 0,1 nm.

In einem weiteren Ausführungsbeispiel werden in eine Lichtleitfaser mit einer Grenzwellenlänge der einmodigen Lichtausbreitung von 750 nm Gitterstrukturen mit Bragg-Wellenlängen im Bereich 815 bis 835 nm eingeschrieben. Zum Auslesen des Spektrums in Transmission wird Licht einer Superlumineszenzdiode mit mittlerer Wellenlänge 825 nm und 830 nm Halbwertsbreite durch die im Gitterbereich anpolierte Faserstrecke geleitet. In Abhängigkeit vom Grad der in einer porösen Deckschicht absorbierten Feuchtigkeit verbreitert sich das Minimum im Spektrum des transmittierten Lichtes um ca. 0,5 nm.

In einem weiteren, nicht näher dargestellten Ausführungsbeispiel sollen bspw. fünf Gitter nach Fig. 1 mit unterschiedlicher Bragg-Wellenlänge - im Ausgangszustand je 4 nm Differenz - entlang einer Lichtleitfaser hintereinandergeschaltet vorgesehen sein. Die spektrometrische Auswertung nach Fig. 4 erlaubt in diesem erweiterten Anwendungsfall die getrennte Auswertung der Wellenlängenverschiebung der fünf Maxima im Reflexionsspektrum und den Schluss auf die relative Feuchtigkeit an fünf verteilt angeordneten Messstellen.

Die Kompensation von Druck- oder Temperatureinflüssen auf die Messgrössen lässt sich auch in diesem Fall durch Zuordnung wenigstens eines Bragg-Gitters mit einem nichtfreigelegtem Gitterbereich erreichen, wenn eine elektronische Normierung auf das durch diesen Gitterbereich erzeugten Reflexions- bzw. Transmissionsspektrums erfolgt.

Durch die Erfindung ist ein an die jeweilige Messaufgabe variabel anpassbarer kompakter Lichtleitfasersensor zur Detektion chemischer oder biochemischer Substanzen geschaffen worden, bei dem das in der Lichtleitfaser geführte Licht die Faser nicht verlassen muss, so dass die Vorteile intrinsischer Sensoren erhalten bleiben. Durch die erfindungsgemässe Ausbildung und Anordnung der sensitiven Bereiche innerhalb der Lichtleitfaser sind kleinste Substanzmengen und deren Konzentration bzw. Konzentrationsänderungen bis in den Bereich von 10 nachweisbar. Ebenso lassen sich örtlich eng benachbarte Konzentrationsunterschiede in einem Messmedium durch die Unabhängigkeit der sensitiven Messstellen untereinander nachweisen, wenn mehrere genannter Gitterbereiche innerhalb einer Lichtleitfaser vorgesehen sind. Die spektrometrische und elektronische Auswertung kann ohne Beeinträchtigung der Messergebnisse bis mehr als 10 km vom eigentlichen Messort entfernt vorgesehen sein.

Bezugszeichenliste

Q Quarzblock

1 Monomode-Lichtleitfaser

- 2 Mantel der Monomode-Lichtleitfaser
- 3 Kern der Monomode-Lichtleitfaser
- 4 Gitterbereich des Faserkerns mit abgedünntem Fasermantel
- 40 dünne (sensitive) Schicht
- 5 abgedünntes Gebiet (Schliffbild)
- 6 Reflexionsspektrum eines Feuchtesensors bei relativer Feuchte 0%
- 7 Reflexionsspektrum eines Feuchtesensors bei relativer Feuchte 50%
- 8 Bragg-Wellenlänge bei relativer Feuchte 0%
- 9 Bragg-Wellenlänge bei relativer Feuchte 50%
- 10 Superlumineszenzdiode als Lichtquelle
- 11 Gitterspektrometer
- 12 Faseroptischer X-Koppler
- 13 Sensorblock
- 14 entspiegelte Faserendflächen
- 15 faseroptischer Polarisationssteller

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

### Claims

1. Kompakter Lichtleitfasersensor zur Detektion chemischer oder biochemischer Substanzen, enthaltend eine Monomode-Lichtleitfaser, dadurch gekennzeichnet, dass der Kern (3) der Lichtleitfaser (1) in wenigstens einem Teilstück mit einem periodischen Brechzahlverlauf in Form eines Bragg-Gitters (4) versehen ist, wobei der Fasermantel (2) im Bereich des Bragg-Gitters (4) in wenigstens einem, dem gewünschten Messbereich anpassbaren Gebiet (5) bis in Kernnähe abgedünnt ausgebildet ist.
2. Kompakter Lichtleitfasersensor nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass genanntes abgedünntes Gebiet (5) mit einer dünnen Schicht (40) versehen ist, wobei das Produkt aus Schichtdicke und Brechungsindex der dünnen Schicht (40) derart klein festgelegt ist, dass eine Lichtauskopplung aus dem Kern (3) verhindert wird.
3. Kompakter Lichtleitfasersensor nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass der optische Brechungsindex der dünnen Schicht (40) höher als der des Faserkerns (3) festgelegt ist.
4. Kompakter Lichtleitfasersensor nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die dünne Schicht (40) in bezug auf ihre Porosität und/oder Absorptions- bzw. Reaktionseigenschaften der zu detektierenden Substanz angepasst ausgebildet ist.
5. Kompakter Lichtleitfasersensor nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass mehrere, voneinander beabstandete Bragg-Gitter (4) innerhalb des Faserkerns (3) vorgesehen sind, von denen wenigstens ein Teil mit einem bis in Faserkernnähe abgedünnten Gebiet (5) versehen ist.
6. Kompakter Lichtleitfasersensor nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die mit einem abgedünnten Gebiet (5) versehenen Bragg-Gitter (4) eine voneinander abweichende Gitterperiode aufweisen.
7. Kompakter Lichtleitfasersensor nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Bragg-Gitter (4), denen kein abgedünntes Gebiet (5) zugeordnet ist der Kompensation auf den Lichtleitfasersensor einwirkenden physikalischen Einflüssen, wie Temperatur oder Druck, dienen.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**